

明 細 書

炭化珪素製品、その製造方法、及び、炭化珪素製品の洗浄方法

技術分野：

本発明は炭化珪素製品に関し、特に、半導体装置並びに半導体装置製造用部材等の構造物に使用される炭化珪素及びその製造方法に関する。

背景技術：

一般に、炭化珪素は優れた耐熱性を有していることから炉芯管、均熱管、搬送用トレイ、ウェハポート等、半導体装置製造用部材として使用されている。更に、炭化珪素はその半導体的な性質を利用して、半導体装置自体を構成することも知られている。

炭化珪素を半導体装置製造用部材に使用する場合、当該部材により処理される半導体ウェハー等の汚染を防止する必要がある。このため、半導体装置製造用部材を構成する炭化珪素は弗酸、純水等により定期的に洗浄されている。このように、定期的な洗浄を短時間で、安定に行うために、特開平０６－１２８０３６号公報（以下、参考文献１と呼ぶ）では、半導体装置製造用炭化珪素部材の表面粗さを R_{max} で $3.2S$ 以下にすることが提案されている。他方、特開平１１－８２１６号公報（以下、参考文献２と呼ぶ）には、炭化珪素によって形成された半導体装置製造用部材を高温酸素雰囲気中で熱処理して、その表面に酸化珪素膜を形成した後、表面の酸化珪素膜を弗酸により溶解除去することが提案されている。また、参考文献１及び２には、希フッ化水素酸（HF ７％）で炭化珪素を洗浄すること、及び、表面を酸化させた後、希HF（HF ５％）で洗浄することがそれぞれ開示されている。

更に、炭化珪素を用いて半導体装置を構成する方法として、特開２００３－８６７９２号公報（以下、参考文献３と呼ぶ）には電界効果型トランジスタを形成する方法が開示されている。具体的に言えば、参考文献３は電界効果型トランジスタのゲート絶縁膜を炭化珪素領域上に形成した後に、 $900\sim1000^{\circ}\text{C}$ の範囲内の温

度で、且つ、水を含む霧雰囲気内で所定時間、熱処理することによって電子移動度を改善できることを指摘している。また、参考文献3には、ゲート酸化膜等の成長前には希HFで洗浄を行うか、 $\text{NH}_4\text{OH} + \text{H}_2\text{O}_2$ と $\text{HCl} + \text{H}_2\text{O}_2$ を組み合わせるRCA洗浄を行うことも記載されている。

しかしながら、参考文献1～3は炭化珪素を洗浄することを開示しているだけで、洗浄後の炭化珪素の表面状態については、何等、検討されていない。換言すれば、これら参考文献1～3は、通常の手法による洗浄後、炭化珪素表面に残存する不純物の種類並びにその不純物濃度について何等開示していない。また、炭化珪素を用いて半導体素子を形成するためには、汚染や欠陥の低減が不可欠であるが、炭化珪素の汚染量等の最適値並びに汚染量の調整方法について参考文献1～3では、何等示唆されていないため、炭化珪素の理論値通りの特性を実現することは困難な状況にある。

そこで、本発明の目的は半導体装置及び半導体装置製造用部材に適した炭化珪素を提供することである。

本発明の他の目的は上記した炭化珪素を得るための洗浄方法を提供することである。

本発明の更に他の目的は不純物濃度の低い炭化珪素を使用した製品を提供することである。

発明の開示：

本発明の一態様によれば、 1×10^{11} (a t o m s / c m²) 以下の金属不純物濃度を有する表面を備えたことを特徴とする炭化珪素製品が得られる。

また、本発明の他の態様によれば、炭化珪素を酸に浸漬し、表面金属不純物を 1×10^{11} (a t o m s / c m²) 以下にすることを特徴とする炭化珪素製品の洗浄方法が得られる。

また、本発明の別の態様によれば、炭化珪素を酸で洗浄し、表面金属不純物を 1×10^{11} (a t o m s / c m²) 以下にする工程を有することを特徴とする炭化珪素製品の製造方法が得られる。

図面の簡単な説明：

第1図は従来の炭化珪素洗浄方法による洗浄の評価結果を示す図；

第2図は本発明に係る洗浄方法による炭化珪素表面のFeの除去効果を示す図；

第3図は本発明で使用される硫酸（97％）と過酸化水素（30％）とを含む水溶液（SPM）による炭化珪素上のFe除去効果を示す図；

第4図は第3図において使用された水溶液（SPM）による炭化珪素上のNi除去効果を示す図；

第5図は第3図及び第4図で使用された水溶液（SPM）による炭化珪素上のCu除去効果を示す図；

第6図は硫酸（97％）と過酸化水素（30％）とを含む水溶液（SPM）を用いて炭化珪素を洗浄した場合における本発明の効果を説明する図；

第7図は炭化珪素基板を有するMOSFETの製作に本発明を適用した場合を示すフローチャート図；

第8図は第7図のフローチャートに従ってMOSFETを製作する一工程を示す断面図；

第9図は第8図に示された工程に続いて行われる工程を示す断面図；

第10図は第9図に示された工程の後に行われる工程を示す断面図；

第11図は第10図に示された工程の次に行われる工程を説明する断面図；

第12図は第11図に示された工程の後に行われる工程を説明する断面図；

第13図は第12図の後工程を示す断面図；

第14図は第13図に示された工程の後に行われる工程を示す断面図；

第15図は本発明を用いて、炭化珪素ダミーウエハを製作する場合を説明するフローチャート図；

第16図は第15図に示されたフローチャートに従って、炭化珪素ダミーウエハを製作する一工程を示す図；

第17図は第16図に示された工程の後に行われる工程を説明する図；

第18図は第17図に示された工程に続いて行われる工程を示す図；及び

第19図は炭化珪素ダミーウエハの製作工程の最終工程を示す図である。

発明を実施するための最良の形態：

まず、本発明の経緯について説明する。

本発明者等の知見によれば、炭化珪素を用いた半導体装置において炭化珪素の理論値通りの特性が得られないことが多く、また、半導体装置製造用炭化珪素部材を用いて製造したシリコン等の半導体装置においても理論値通りの特性が得られないことが多く、これらの特性のバラツキが炭化珪素表面における金属不純物濃度に起因していることが判明した。

特に、電界効果型トランジスタ等の炭化珪素またはシリコン半導体装置は炭化珪素表面における不純物濃度によって悪影響を受け、理論値通りの特性が得られない。

本発明は、このような知見に基づき、悪影響をなくすることができる炭化珪素表面の不純物濃度及びその不純物濃度を実現できる洗浄方法を提供するものである。

具体的に説明すると、本発明者等の実験によれば、洗浄しても炭化珪素表面には主に鉄（F e）及び鉄合金が不純物として残留し、これら不純物濃度が 1×10^{11} （a t o m s / c m²）以下であれば、理論値に極めて近い特性を有する好適な半導体装置が得られることが判明した。

ここで、第1図を参照すると、従来の洗浄方法により炭化珪素を洗浄した場合における洗浄前後の不純物（F e）濃度が示されている。ここでは、（ $\times 10^{10}$ a t o m s / c m²）を基準にして、縦軸に1． E + 0 0；1． E + 0 1；1． E + 0 2；及び、1． E + 0 3の目盛りが示されており、これらの目盛りは（ $\times 10^{10}$ a t o m s / c m²）に対して、1； 1×10^1 ； 1×10^2 ； 1×10^3 の濃度を夫々示している。一方、横軸には、従来の洗浄方法によるH C l + H₂O₂を用いた2つの洗浄結果及び弗酸（0． 5 %）を用いた2つの洗浄結果2 6が洗浄前の不純物濃度2 5と共に示されており、下記表1には炭化珪素（S i C）上の各洗浄を行った場合における鉄の除去率が洗浄内容と共に示されている。下記表1及び第1図に示すように従来の洗浄方法では金属不純物（鉄または鉄化合物）の濃度は本発明で見出した 1×10^{11} （a t o m s / c m²）よりもはるかに大きいことが判る。

表 1

SiC上の各薬液における鉄の除去率

洗浄前	洗浄後	除去率(%)	洗浄液	洗浄内容
$\times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$	$\times 10^{10} \text{ atoms/cm}^2$	100-洗浄後/ 洗浄前 $\times 100$		
609	52	91	HCl+H ₂ O ₂	HPM(HCl:H ₂ O ₂ :H ₂ O=1:1:6 92°C) 10 分間 → リンス 10 分間
641	65	90	HCl+H ₂ O ₂	HPM(HCl:H ₂ O ₂ :H ₂ O=1:1:6 92°C) 10 分間 → リンス 10 分間
661	230	65	フッ酸(0.5%)	フッ酸(0.5%) 10 分間 → リンス 10 分間
581	218	62	フッ酸(0.5%)	フッ酸(0.5%) 10 分間 → リンス 10 分間

更に、ゲート酸化膜を有する半導体装置を製造する際、ゲート酸化膜成長前に希 HF (0.5%) 洗浄や NH₄OH+H₂O₂ と HCl+H₂O₂ を組み合わせる RCA 洗浄が行われているが、この RCA 洗浄によっても不純物濃度を上記した $1 \times 10^{11} \text{ (atoms/cm}^2\text{)}$ 以下には出来なかった。

本発明は、炭化珪素を洗浄する場合、一定以上の濃度の弗酸または塩酸を用いて洗浄するか、或いは、硫酸と過酸化水素水を含む液を使用して洗浄することにより、鉄を含む表面金属不純物を $1 \times 10^{11} \text{ (atoms/cm}^2\text{)}$ 以下まで除去できることを明らかにしている。

以下、本発明の実施の形態について図面を参照しながら説明する。

下記表 2 には、洗浄液及び各洗浄液による炭化珪素 (SiC) を洗浄した場合の鉄の除去率が洗浄条件と共に示されている。表 2 に示されているように、鉄の除去率は $100 - (\text{洗浄後の不純物 (atoms/cm}^2\text{)} / \text{洗浄前の不純物 (atoms/cm}^2\text{)}) \times 100$ で計算されている。表 2 から明らかな通り、硫酸 (97%) と過酸化水素水 (37%) とを含む洗浄液 (SPM) によって炭化珪素を 10 分間洗浄した後、10 分間リンスした場合の鉄の除去率は略 100% であり、弗酸 (50%) の洗浄液では、98~99%、及び、塩酸 (36%) の洗浄液では、98% である。

第 2 図には、表 2 に対応した炭化珪素表面における各洗浄液の Fe の除去効果が示されており、第 2 図に示すように、前述した洗浄液によって洗浄することにより、

炭化珪素表面のFeを 1×10^{11} (atoms/cm²) 以下にできることが判る。第2図及び表2に示すように、上記した洗浄液のうち、硫酸(97%)と過酸化水素(30%)とを含む水溶液が特にFe除去効果において優れている。

表 2

SiC上の各薬液における鉄の除去率

洗浄前	洗浄後	除去率(%)	洗浄液	洗浄内容
$\times 10^{10}$ atoms/cm ²		100-洗浄 後/ 洗浄前 $\times 100$		
1023	2	100	硫酸+過酸化水素水	SPM 10分間→リンス 10分間
952	2	100	硫酸+過酸化水素水	SPM 10分間→リンス 10分間
430	4	99	フッ酸(50%)	フッ酸(50%)10分間→リンス 10分間
419	7	98	フッ酸(50%)	フッ酸(50%)10分間→リンス 10分間
484	8	98	塩酸(36%)	塩酸(36%)10分間→リンス 10分間
484	8	98	塩酸(36%)	塩酸(36%)10分間→リンス 10分間

表3、表4、及び、表5は金属不純物偏析評価装置を使用して、実験した結果を示している。ここでは、Fe、Ni、Cuを含む溶液を湾曲した炭化珪素(SiC)のウエハー上に載せて偏析させた後の不純物分布と、不純物を偏析させたウエハーを本発明に係る洗浄方法により洗浄した後の不純物分布を測定した。この例では、硫酸(97%)と過酸化水素水(30%)とを含み、pHが4以下の水溶液(SPM)を用いて洗浄し、洗浄処理後の炭化珪素表面におけるFe、Ni、及び、Cuの除去効果が湾曲したウエハーの中心からの距離と関連付けて示されている。更に、表6は夫々の成分の炭化珪素表面の中心における洗浄前後における原子数の変化を示している。これらの表からも明らかな通り、SPMで洗浄された炭化珪素表面には、偏析量の最も多い湾曲中心においてすらも、Fe、Ni、及び、Cuがそれぞれ0.3、0.2、及び、0.16 (atoms/cm²) しか残留していないことが判る。

表 3

距離	偏析後	SPM後
-10	—	—
0	29.21	0.3
10	1.02	0.3
20	0.90	0.3
30	0.47	0.3
40	0.30	0.3
50	0.30	0.3
60	0.30	0.3
70	—	—

表 4

距離	偏析後	SPM後
-10	—	—
0	58.20	0.2
10	39.13	0.2
20	17.46	0.2
30	10.34	0.2
40	8.44	0.2
50	9.96	0.2
60	20.78	0.38
70	—	—

表 5

距離	偏析後	SPM後
-10	—	—
0	5.16	0.16
10	4.72	0.16
20	4.67	0.16
30	3.66	0.16
40	2.35	0.16
50	1.55	0.16
60	1.51	0.16
70	—	—

表 6

	洗浄前	洗浄後
Fe	29.21	0.3
Ni	58.20	0.2
Cu	5.16	0.16

更に、第3図、第4図、及び、第5図はそれぞれ表3、4、及び、5に対応し、炭化珪素表面におけるFe、Ni、及び、Cuの濃度（atoms/cm²）を示している。第3図～第5図は硫酸（97%）と過酸化水素水（30%）とを含む水溶液（SPM）によって洗浄した後におけるFe、Ni、Cuの除去効果を示しており、横軸には炭化珪素中心からの距離が取られている。

第3図～第5図に示されているように、前述したSPMに1分間浸漬した炭化珪素では、偏析後、洗浄前のFe、Ni、及び、Cuをあらわす曲線31、34、37と比較して、洗浄後のFe、Ni、及び、Cuをあらわす曲線32、35、38で示されているように、偏析量の多い湾曲中心部においてすらも、Fe、Ni、及び、Cuが洗浄後に他の領域と同等程度に低下しており、本発明に係る洗浄方法の効果が大きいことが分る。

次に、第6図を参照すると、硫酸（97%）と過酸化水素水（30%）とを含む水溶液によって炭化珪素を洗浄した場合、炭化珪素表面の中心における不純物Fe、Ni、Cuの変化が示されている。参照番号21で示す洗浄前、 1×10^{12} （atoms/cm²）以上であったFe、Ni、及び、Cuが上記洗浄後には参照番号22で示すように、いずれも 1×10^{11} （atoms/cm²）以下になっていることが判る。

次に、前述した洗浄方法を半導体装置の製造に適用した例について説明する。

（実施例1）

まず、本発明の第1の実施例に係る方法はゲート、ソース、及び、ドレインを有する電界効果トランジスタ（以下、MOSFETと略称する）の製造に適用できる。この場合、単結晶炭化珪素（SiC）ウェハが用意されるが、このSiCウェハにはSiと同様に、高い清浄度が要求される。

第7図は炭化珪素基板を用いたMOSFETの製作フローチャートを示し、第8図乃至第14図は炭化珪素基板を用いたMOSFETの製作工程を順に示す断面図である。

まず、第7図及び第8図を参照すると、炭化珪素として、P型の4H-SiC（001）基板1が用意され、当該炭化珪素基板1表面にP型のエピタキシャル層を

成長する前に、本発明に係る洗浄を行った（第7図、ステップSA1）。この場合、洗浄方法は硫酸（97%）と過酸化水素水（30%）を体積比で4：1の比で混合し、炭化珪素基板1を10分間この薬液に浸漬した。浸漬後、純水で10分間リンスして、窒素ブローにより乾燥した。

第9図に示すように、洗浄後、P型のエピタキシャル層2を成長した（第7図、ステップSA2）。

エピタキシャル層成長後、フォトリソグラフ工程を行う前に、硫酸（97%）と過酸化水素水（30%）とを体積比で4：1の比で混合した水溶液により、P型のエピタキシャル層2を備えた炭化珪素基板1を10分間この薬液に浸漬した（第7図、ステップSA3）。続いて、浸漬後、純水で10分間リンスして、窒素ブローにより乾燥させた。

洗浄後、フォトリソグラフ工程により、第10図に示すように、レジスト3cにソース、ドレイン領域を開口して、ソース領域開口部3aおよびドレイン領域開口部3bを形成した（第7図、ステップSA4）。なお、夫々のレジスト3cは実際には、開口部3a、3b以外の領域において、連続している。

続いて、第11図に示すように、ソース、ドレイン領域開口部3a、3bに窒素をイオン注入し、n型ソース、ドレイン領域4、4を形成した。イオン注入後、活性化のためのアニールを行った（第7図、ステップSA5）。

次に、層間絶縁膜用の酸化膜5を堆積後フォトリソグラフ工程を経て、第12図に示すように、酸化膜5a、5bにゲート領域を開口してゲート領域開口部5cを形成した（第7図、ステップSA6）。酸化膜5a、5bはゲート領域開口部5c以外の部分においては連続して形成されている。

第12図のゲート領域開口部5cを形成した後、ゲート酸化膜堆積前に、前述した本発明に係る洗浄を行った。洗浄方法は前述した方法と同様であり、硫酸（97%）と過酸化水素水（30%）を体積比で4：1の比で混合した洗浄液中で、第12図に示された基板を10分間に浸漬した（第7図、ステップSA7）。浸漬後、純水で10分間リンスして、窒素ブローにより乾燥させた。

洗浄後、第13図に示すように、熱酸化によってゲート酸化膜6を形成した（第

7図、ステップSA8)。

ゲート酸化膜6を形成後、第14図に示すように、電極7a, 7b, 7cを形成し、MOSFETを製作した(ステップSA9)。ここで、電極以外7a, 7b, 7cの部分、即ち、開口部5c, 5d, 5e以外の部分において、酸化膜5a, 5bは連続形成されている。

なお、MOSFETに使用できる電極材料としては、Al, Mo等の金属膜、W-Si₂, Mo-Si₂, Ti-Si₂等のシリサイド膜、n又はp型シリコンゲート電極のいずれでも良い。ここで洗浄液として、硫酸と過酸化水素水を含む液の代わりに、弗酸(45%以上)、又は、HCl(35%以上)を用いてもよい。

(実施例2)

本発明の第2の実施例として、本発明を多結晶炭化珪素ウエハの製作に適用した場合を示す。このような多結晶炭化珪素ウエハは主にSiウエハを用いた半導体装置製造プロセスでダミーとして使用され、このような炭化珪素ウエハをSiプロセスで使用する場合にも、高い清浄度が要求される。

第15図は炭化珪素ダミーウエハの製作フローチャートであり、第16図乃至第19図は第15図に示されたフローチャートにしたがって、炭化珪素ダミーウエハを製作する工程を順に示す図である。

第15図及び第16図に示すように、円板形状の黒鉛基材11がまず用意され、次に、第17図に示すように、黒鉛基板11上の全面を覆うように、CVD法により炭化珪素12を成長させた(第15図、ステップSB1)。

更に、第18図に示すように、黒鉛基材11が露出するように炭化珪素12の側面部分を取り除くように加工が施された(第15図、ステップSB2)。

その後、炭化珪素12a, 12aが両面に設けられた黒鉛基材11を酸素雰囲気にて燃焼させて、炭化珪素ウエハを脱離した(第15図、ステップSB3)。

第19図に示すように、残った炭化珪素ウエハ12a, 12bの表面を研磨した(ステップSB4)。研磨後、硫酸(97%)と過酸化水素水(30%)を体積比で4:1の比で混合した本発明に係る薬液(洗浄液)に炭化珪素ウエハを10分間浸漬した(第15図、ステップSB5)。浸漬後純水で10分間リンスして、窒素

ブローにより乾燥し、多結晶炭化珪素ウエハーを製作した。

この実施形態においても、硫酸と過酸化水素水を含む液の代わりに弗酸（４５％以上）、HC １（３５％以上）を用いても、同様な結果が得られた。

本発明によれば、高い清浄度を有する炭化珪素を得ることができ、この結果、不純物による特性の劣化等を考慮する必要の無い半導体装置を得ることが可能になる。更に、本発明では、半導体製造用部材等に適用した場合、不純物の飛散等による被処理物への悪影響等をも防止できると云う利点がある。

上記した実施例では、半導体装置の製造に本発明に係る洗浄方法を適用した場合を説明したが、本発明は何等これに限定されることなく、拡散炉等の半導体製造用部材、その他の構造体にも適用できる。更に、本発明は炭化珪素薄膜を形成した部材の表面処理の際等にも適用できる。

請 求 の 範 囲

1. 1×10^{11} (atoms/cm²) 以下の金属不純物濃度を有する表面を備えたことを特徴とする炭化珪素製品。

2. 請求項1に記載の炭化珪素製品において、前記金属不純物は鉄または鉄化合物、Ni、及び、Cuの少なくとも一つであることを特徴とする炭化珪素製品。

3. 請求項1又は2に記載の炭化珪素製品において、前記製品は半導体装置、半導体装置製造用部材、及び構造物の内のいずれか1つであることを特徴とする炭化珪素製品。

4. 炭化珪素を酸に浸漬し、表面金属不純物を 1×10^{11} (atoms/cm²) 以下にすることを特徴とする炭化珪素製品の洗浄方法。

5. 炭化珪素を酸で洗浄し、表面金属不純物を 1×10^{11} (atoms/cm²) 以下にする工程を有することを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

6. 請求項5に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記酸が弗酸又は塩酸であることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

7. 請求項6に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記弗酸は45%を超える濃度を有していることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

8. 請求項7に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記弗酸は約50%の濃度を有していることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

9. 請求項6に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記塩酸は35%以上の濃度を有していることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

10. 請求項8に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記塩酸は約36%の濃度を有していることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

11. 請求項5に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記酸は硫酸と過酸化水素水を含む液であることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

12. 請求項11に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記硫酸と過酸化水素水を含む液は4以下のpHを有するように混合されていることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

13. 請求項12に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記硫酸及び前記過酸化水素水はそれぞれ約97%及び約30%の濃度を有し、体積比で約4:1の比で混合されていることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

14. 請求項5に記載の炭化珪素製品の製造方法より製造された炭化珪素製品であって、前記炭化珪素製品は、半導体装置、半導体装置製造用部材、または、構造物であることを特徴とする炭化珪素製品。

補正書の請求の範囲

[2004年11月30日(30.11.04)国際事務局受理：出願当初の請求の範囲7、9及び10は補正された；他の請求の範囲は変更なし。(1頁)]

1. 1×10^{11} (atoms/cm²) 以下の金属不純物濃度を有する表面を備えたことを特徴とする炭化珪素製品。

2. 請求項1に記載の炭化珪素製品において、前記金属不純物は鉄または鉄化合物、Ni、及び、Cuの少なくとも一つであることを特徴とする炭化珪素製品。

3. 請求項1又は2に記載の炭化珪素製品において、前記製品は半導体装置、半導体装置製造用部材、及び構造物の内のいずれか1つであることを特徴とする炭化珪素製品。

4. 炭化珪素を酸に浸漬し、表面金属不純物を 1×10^{11} (atoms/cm²) 以下にすることを特徴とする炭化珪素製品の洗浄方法。

5. 炭化珪素を酸で洗浄し、表面金属不純物を 1×10^{11} (atoms/cm²) 以下にする工程を有することを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

6. 請求項5に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記酸が弗酸又は塩酸であることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

7. (補正後) 請求項6に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記酸は弗酸であり、前記弗酸は45%を超える濃度を有していることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

8. 請求項7に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記弗酸は約50%の濃度を有していることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

9. (補正後) 請求項6に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記酸は塩酸であり、前記塩酸は35%以上の濃度を有していることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

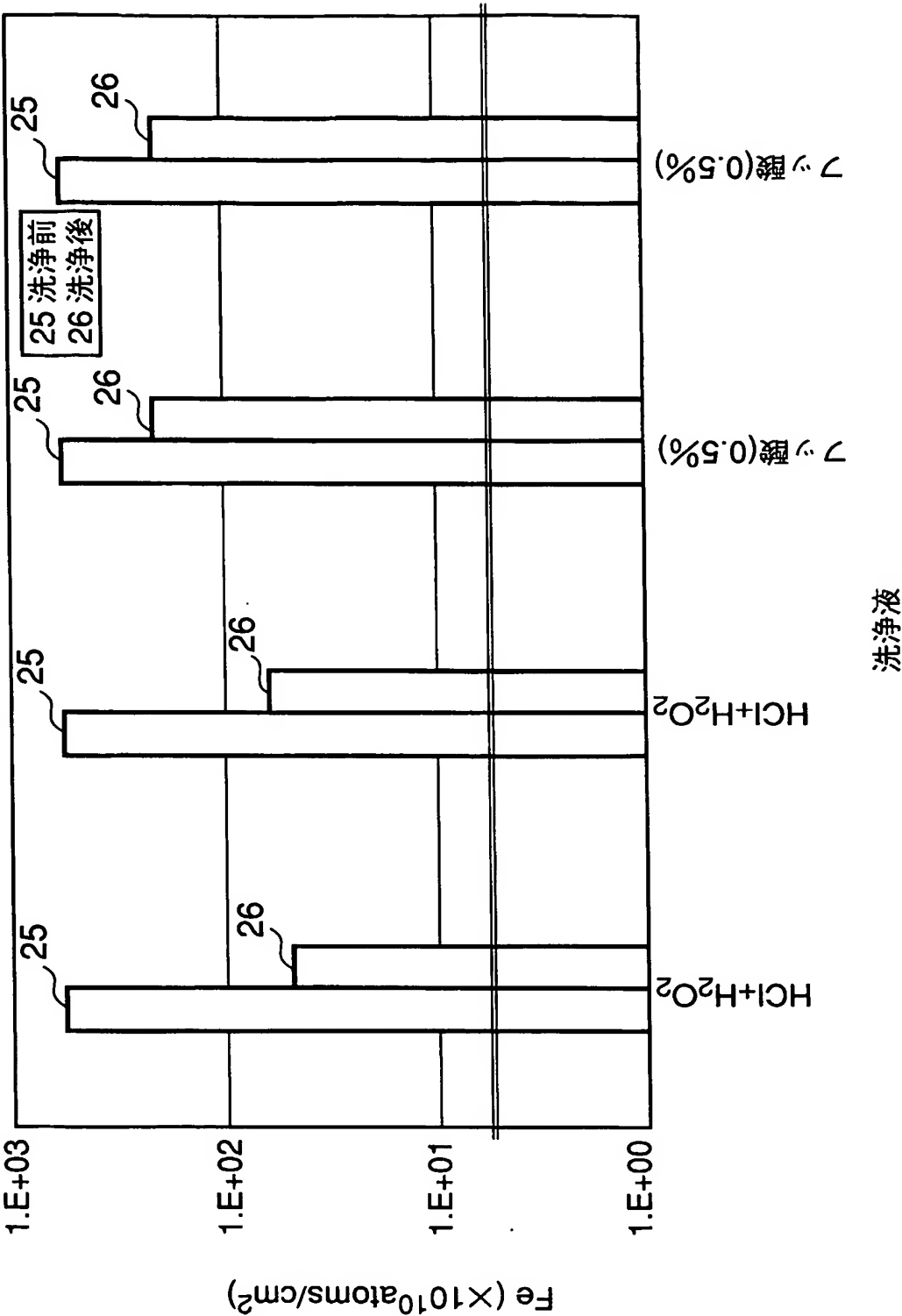
10. (補正後) 請求項9に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記塩酸は約36%の濃度を有していることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

11. 請求項5に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記酸は硫酸と過酸化水素水を含む液であることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

12. 請求項11に記載の炭化珪素製品の製造方法において、前記硫酸と過酸化水素水を含む液は4以下のpHを有するように混合されていることを特徴とする炭化珪素製品の製造方法。

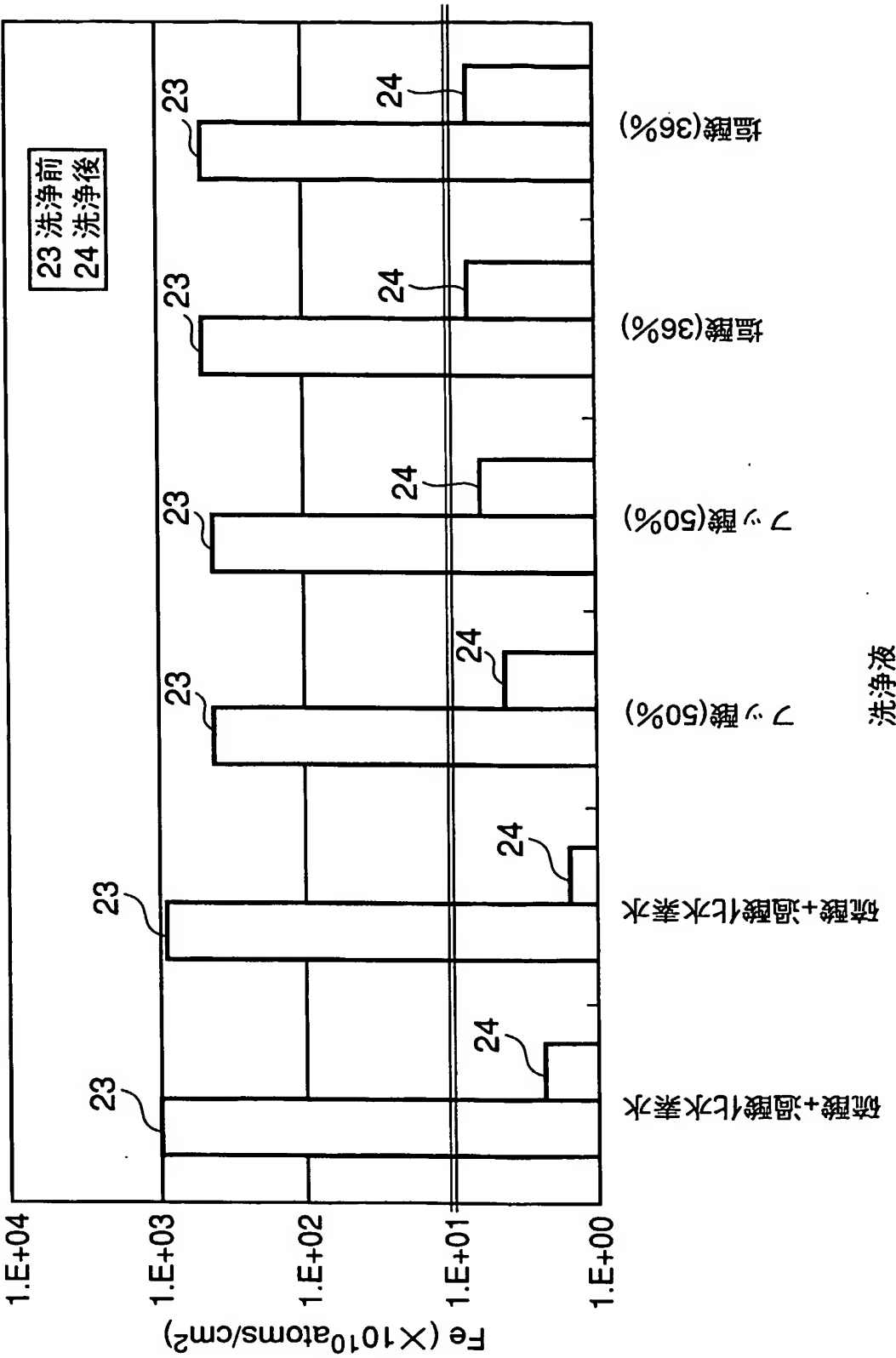
第 1 図

Feの除去効果

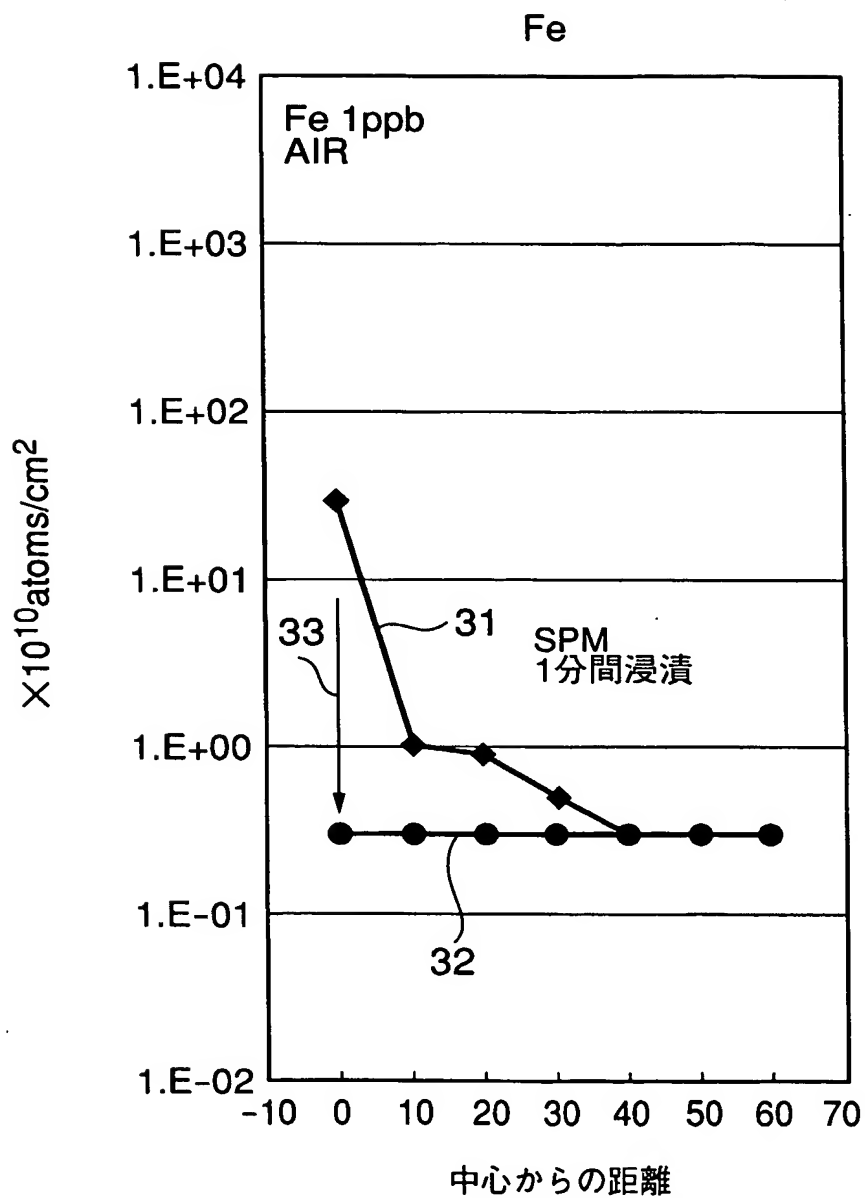


第 2 図

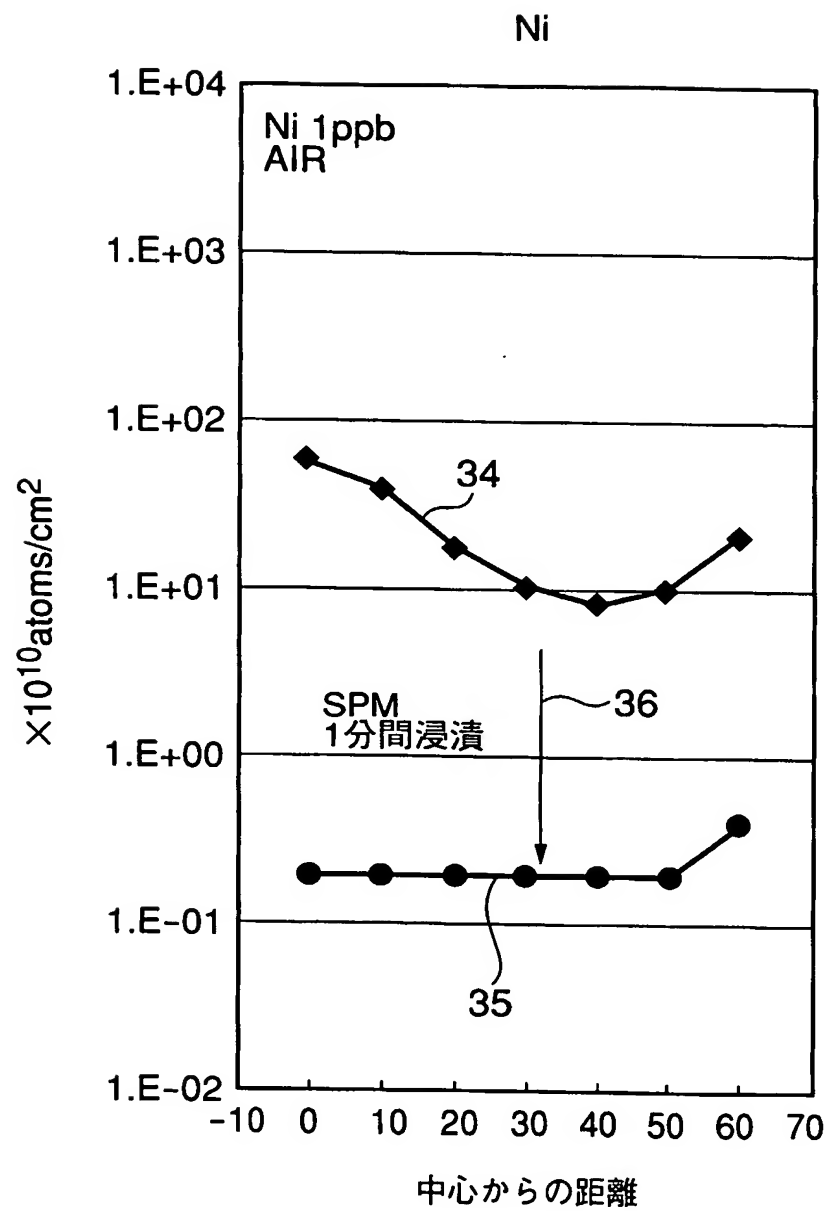
Feの除去効果



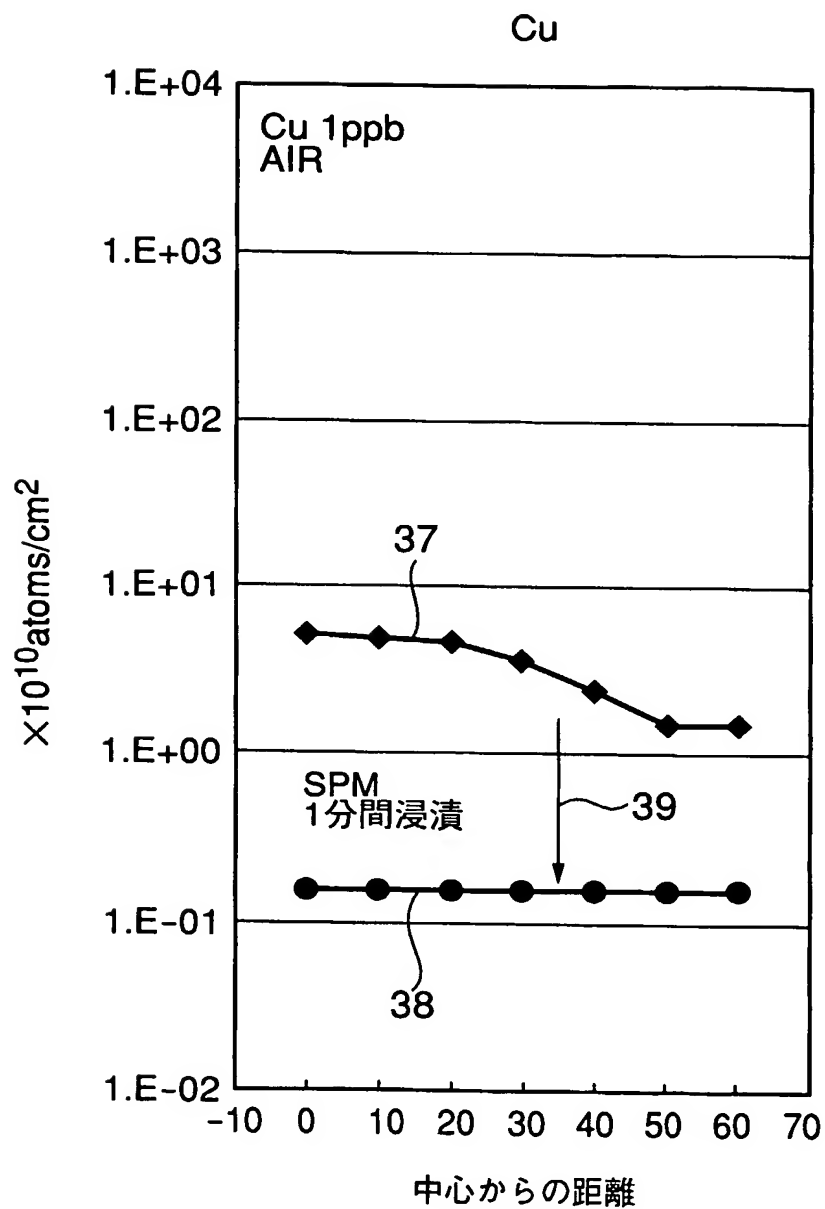
第 3 図



第 4 図

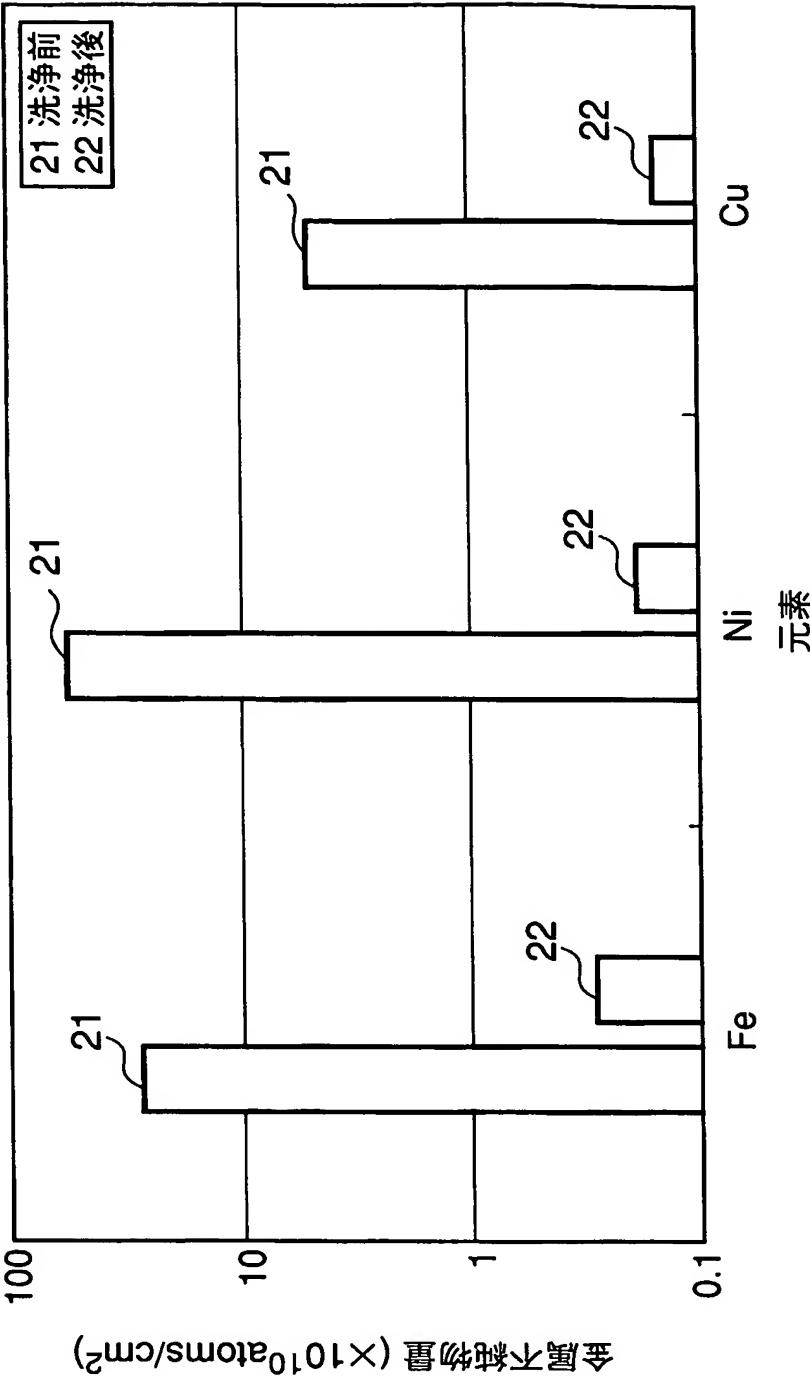


第 5 図

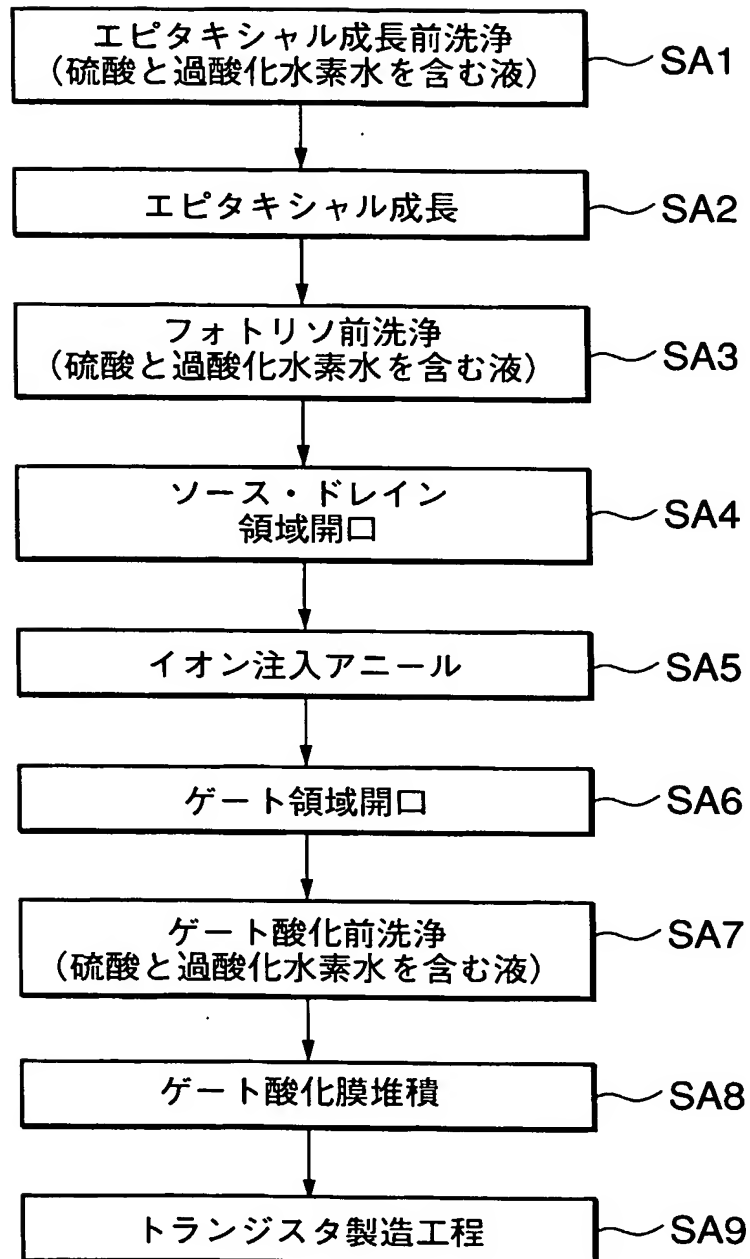


第 6 図

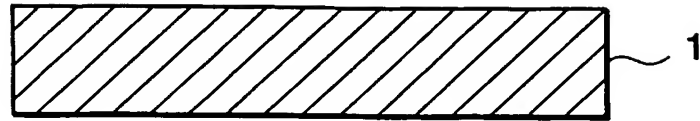
硫酸+過酸化水素水 洗浄前後の不純物量



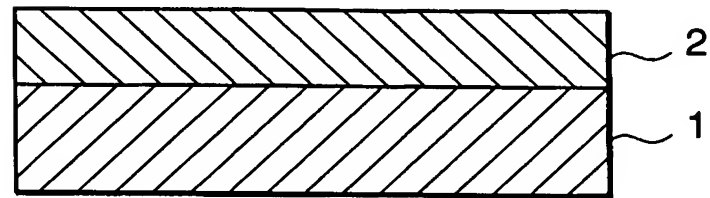
第 7 図



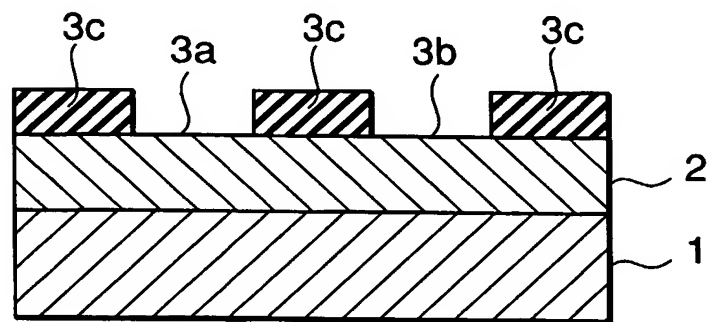
第 8 図



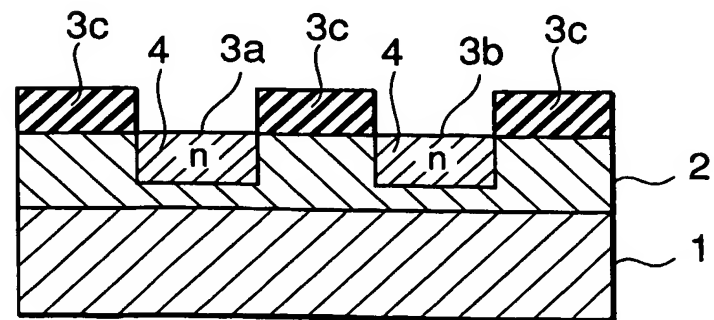
第 9 図



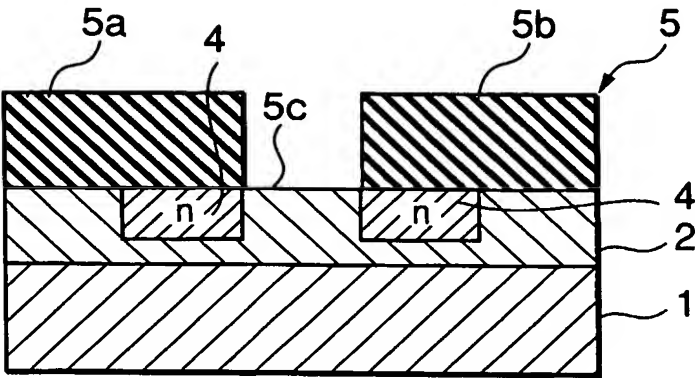
第 10 図



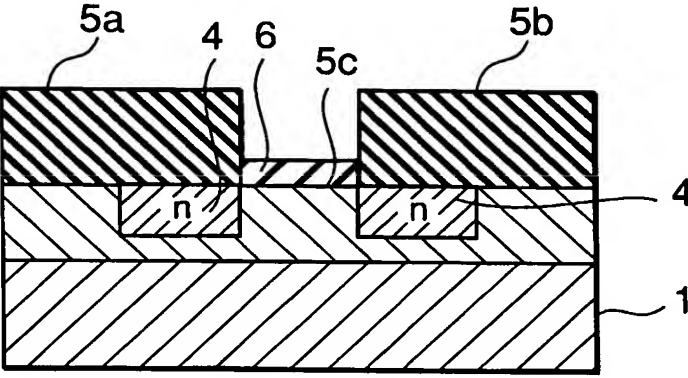
第 11 図



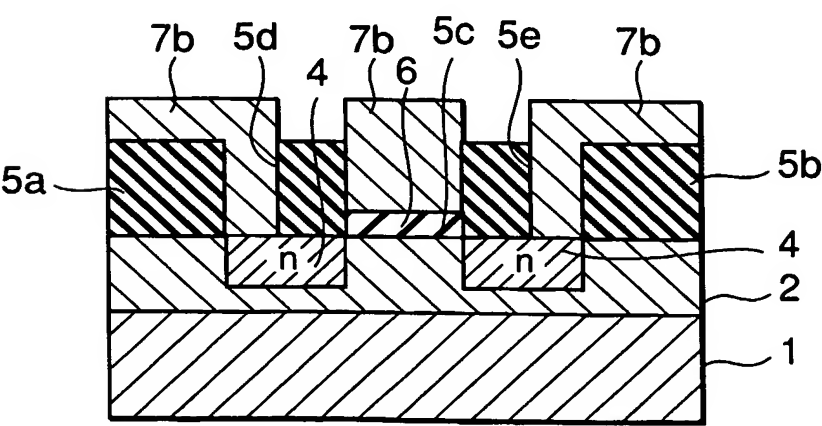
第 12 図



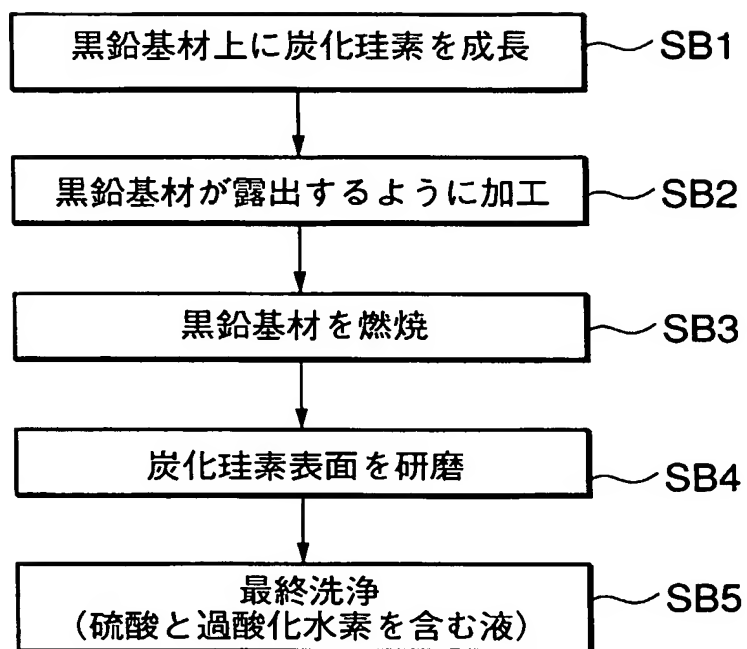
第 13 図



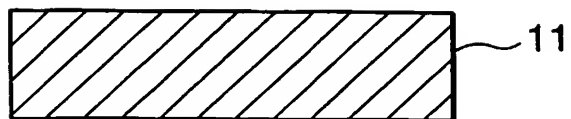
第 14 図



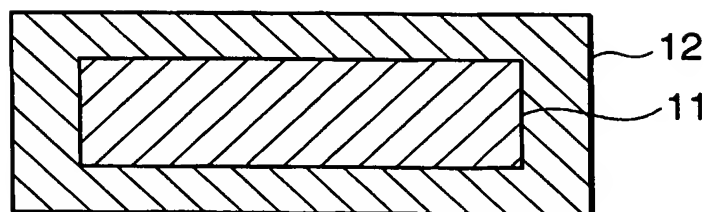
第 15 図



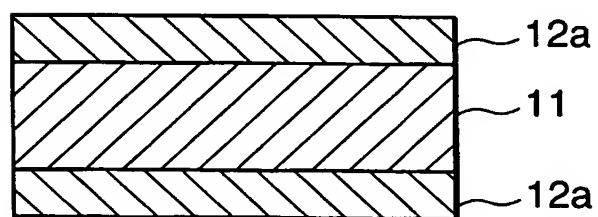
第 16 図



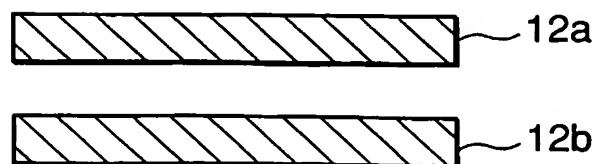
第 17 図



第 18 図



第 19 図



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/009990

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C30B29/36, H01L21/304, H01L21/336, H01L29/78

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C30B29/36, H01L21/304, H01L21/336, H01L29/78

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus (JOIS)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 11-8216 A (Toshiba Ceramics Co., Ltd.), 12 January, 1999 (12.01.99), Claims 1, 2; Par. No. [0017]; Fig. 5 (Family: none)	1-10, 14 11-13
Y A	Y. CHINONE et al., Applications of High Purity SiC Prepared by Chemical Vapor Deposition, In Amorphous and Crystalline Silicon Carbide II, Springer Proceedings in Physics, Vol.43, Edited by M.M. RAHMAN et al., Heidelberg, Springer- Verlag, 1989, pages 198 to 206, page 199, line 1 to page 200, line 26, table 1	1-6, 14 7-13

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
04 October, 2004 (04.10.04)

Date of mailing of the international search report
19 October, 2004 (19.10.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/009990

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	Elder Alpes DE VASCONCELOS et al., Potential of High-purity Polycrystalline Silicon Carbide for Thermistor Applications, Japanese Journal of Applied Physics, Part 1, 15 September, 1998 (15.09.98), Vol.37, No.9A, pages 5078 to 5079, page 5078, right column, lines 30 to 40	1-6, 14
A	JP 2003-86792 A (National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, et al.), 20 March, 2003 (20.03.03), & WO 03/023864 A1.	1-14

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C30B29/36, H01L21/304, H01L21/336, H01L29/78

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C30B29/36, H01L21/304, H01L21/336, H01L29/78

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2004年
 日本国登録実用新案公報 1994-2004年
 日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JSTPlus(JOIS)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A	JP 11-8216 A (東芝セラミックス株式会社) 1999.01.12 請求項1, 2, 【0017】, 図5 (ファミリーなし)	1-10, 14 11-13
Y A	Y. CHINONE et al., Applications of High Purity SiC Prepared by Chemical Vapor Deposition, In Amorphous and Crystalline Silicon Carbide II, Springer Proceedings in Physics, Vol.43, Edited by M.M. RAHMAN et al., Heidelberg, Springer-Verlag, 1989, pp.198-206 第199頁第1行-第200頁第26行, Table 1	1-6, 14 7-13

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

04.10.2004

国際調査報告の発送日

19.10.2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

横山 敏志

4G

2927

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	Elder Alpes DE VASCONCELOS et al., Potential of High-purity Polycrystalline Silicon Carbide for Thermistor Applications, Japanse Journal of Applied Physics, Part 1, 15 September 1998, Vol. 37, No. 9A, pp. 5078-5079 第5078頁右欄第30-40行	1-6, 14
A	JP 2003-86792 A (独立行政法人産業技術総合研究所 外1名) 2003. 03. 20 & WO 03/023864 A1	1-14

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.